

Light-coloured ether carboxylic acid or salt production - involves adding reducing agent in carboxymethylation of alcohol or alkyl-phenol ethoxylate, useful as anionic surfactant e.g. in cosmetics or textile processing

Patent Number : DE 19740954

International patents classification : C07C-051/367 C07C-059/125

• Abstract :

DE19740954 C Production of light-coloured ether carboxylic acids or salts of formula (I) by carboxymethylation of alcohol or alkylphenol ethoxylates of formula (II) comprises carrying the reaction out in the presence of reducing agent.

$R_1(OCH_2CH_2)_nOCH_2COOX$ (I) $R_1(OCH_2CH_2)_nOX$ (II)

R_1 = 6-22 carbon (C) alk(en)yl and/or alkylphenyl; X = hydrogen (H) or an alkali metal; n = 1-10.

USE - (I) are mild, strongly foam-forming anionic surfactants, used e.g. in cosmetics or textile processing.

ADVANTAGE - Reaction in the presence of very small amounts of reducing agent greatly improves the colour quality of (I). (Dwg.0/0)

• Publication data :

Patent Family : DE19740954 C1 19981224 DW1999-04 C07C-059/125 3p * AP: 1997DE-1040954 19970917
WO9914180 A1 19990325 DW1999-19 C07C-051/367 Ger AP:
1998WO-EP05635 19980905 DSNW: JP US DSRW: AT BE CH
CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE
EP1017663 A1 20000712 DW2000-36 C07C-051/367 Ger FD:
Based on WO9914180 AP: 1998EP-0947523 19980905; 1998WO-EP05635 19980905 DSR: CH DE ES FR GB IT LI NL
JP2001516735 W 20011002 DW2001-72 C07C-051/367 10p FD:
Based on WO9914180 AP: 1998WO-EP05635 19980905; 2000JP-0511734 19980905
EP1017663 B1 20020612 DW2002-39 C07C-051/367 Ger FD:
Based on WO9914180 AP: 1998EP-0947523 19980905; 1998WO-EP05635 19980905 DSR: CH DE ES FR GB IT LI NL
DE59804451 G 20020718 DW2002-55 C07C-051/367 FD: Based
on EP1017663; Based on WO9914180 AP: 1998DE-5004451
19980905; 1998EP-0947523 19980905; 1998WO-EP05635
19980905
Priority n° : 1997DE-1040954 19970917
Covered countries : 21
Publications count : 6

• Patentee & Inventor(s) :

Patent assignee : (HENK) HENKEL KGAA
(COGN-) COGNIS DEUT GMBH
(COGN-) COGNIS DEUT GMBH & CO KG
Inventor(s) : BEHLER A; LAGARDEN M

• Accession codes :

Accession N° : 1999-036256 [04]
Sec. Acc. n° CPI : C1999-011068

• Derwent codes :

Manual code : CPI: A10-E08A A10-E08B
A10-E23 A12-W12C D08-B13 E10-C04C
E10-C04D3 F03-C05
Derwent Classes : A25 D21 E19 F06
Compound Numbers : 9904-DYT01-K
9904-DYT01-P

• Update codes :

Basic update code : 1999-04
Equiv. update code : 1999-19; 2000-36;
2001-72; 2002-39; 2002-55

Others :
UE4

2001-12; 2002-06; 2002-08

This Page Blank (uspto)



⑩ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Patentschrift**
⑩ **DE 197 40 954 C 1**

⑤ Int. Cl.⁶:
C 07 C 59/125
C 07 C 51/367
// B01F 17/44

⑳ Aktenzeichen: 197 40 954.7-44
㉔ Anmeldetag: 17. 9. 97
㉕ Offenlegungstag: -
㉖ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 24. 12. 98

DE 197 40 954 C 1

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

㉗ **Patentinhaber:**
Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

㉘ **Erfinder:**
Lagarden, Martin, Dr., 40591 Düsseldorf, DE; Behler,
Ansgar, Dr., 46240 Bottrop, DE

㉙ **Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:**
Fat Sci. Technol. 94, 66 (1992);
Tens. Surf. Det. 29, 169 (1992);

㉚ **Verfahren zur Herstellung von hellfarbigen Ethercarbonsäuren**

㉛ **Vorgeschlagen wird ein Verfahren zur Herstellung von
hellfarbigen Ethercarbonsäuren bzw. deren Salze der For-
mel (I),**
$$R^1(OCH_2CH_2)_nOCH_2COOX$$
**in der R^1 für einen linearen oder verzweigten Alkyl-, Alke-
nyl- und/oder Alkylphenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffato-
men, X für Wasserstoff oder ein Alkalimetall und n für
Zahlen von 1 bis 10 steht, durch Carboxymethylierung
von Alkohol- bzw. Alkylphenoethoxylaten der Formel (II),**
$$R^1(OCH_2CH_2)_nOX$$
**in der R^1 , X und n die obigen Bedeutungen haben, mit Ha-
logenessigsäure oder deren Alkalisalzen, welches sich
dadurch auszeichnet, daß man die Reaktion in Gegenwart
von Reduktionsmitteln durchführt.**

DE 197 40 954 C 1

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Ethercarbonsäuren durch Carboxymethylierung von Alkoholethoxylaten mit Halogenverbindungen in Gegenwart von Reduktionsmitteln.

Stand der Technik

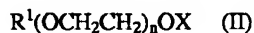
Ethercarbonsäuren bzw. deren Salze, die von diesem Begriff stets mitumschlossen werden, stellen milde, schaumstarke Aniontenside dar, die beispielsweise in der Kosmetik wie auch in der Textiltechnik Anwendung finden. Eine Übersicht hierzu findet sich beispielsweise von G. Czichocki et al. in *Fat Sci. Technol.* 94, 66 (1992). Zu ihrer Herstellung geht man üblicherweise von Alkoholethoxylaten aus, deren endständige Ethylenoxideinheiten entweder einer katalytischen Oxidation unterworfen oder mit Halogen-carbonsäuren bzw. deren Salzen carboxymethyliert werden ([vgl. *Tens. Surf. Det.* 29, 169 (1992)]. Wegen des hohen technischen Aufwandes hat sich das schonende katalytische Verfahren bislang jedoch nicht durchgesetzt. Im Verlauf der Route über die Halogenverbindungen besteht indes das Problem, daß Produkte erhalten werden, die keine ausreichende Farbqualität aufweisen und daher nachträglich aufgehellt werden müssen. Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung hat somit darin bestanden, ein verbessertes Verfahren zur Carboxymethylierung von Alkoholethoxylaten mit Halogen-carbonsäuren zur Verfügung zu stellen, bei dem Ethercarbonsäuren bzw. deren Salze mit verbesserter Farbqualität resultieren.

Beschreibung der Erfindung

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von hellfarbigen Ethercarbonsäuren bzw. deren Salzen der Formel (I),



in der R^1 für einen linearen oder verzweigten Alkyl-, Alkenyl- und/oder Alkylphenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, X für Wasserstoff oder ein Alkalimetall und n für Zahlen von 1 bis 10 steht, durch Carboxymethylierung von Alkohol- bzw. Alkylphenoethoxylaten der Formel (II),



in der R^1 , X und n die obigen Bedeutungen haben, mit Halogenessigsäure oder deren Alkalisalzen, welches sich dadurch auszeichnet, daß man die Reaktion in Gegenwart von Reduktionsmitteln durchführt.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß unter Mitverwendung schon von sehr geringen Mengen an Reduktionsmitteln, wie beispielsweise Natriumboratan oder Phosphinsäure, Ethercarbonsäuren bzw. Ethercarbonsäuresalze erhalten werden, die sich durch eine deutlich bessere Farbqualität auszeichnen.

Alkohol- bzw. Alkylphenoethoxylate

Alkoholethoxylate, die als Ausgangsstoffe in Betracht kommen, stellen Additionsprodukte von Ethylenoxid an primäre Alkohole, vorzugsweise Fettalkohole, Oxoalkohole oder deren Gemische dar, die nach den einschlägigen Verfahren der präparativen organischen Chemie erhalten wer-

den können und großtechnisch zur Verfügung stehen. Die Ethoxylate können über den Weg saurer, vorzugsweise aber basischer Katalyse hergestellt werden und dementsprechend eine konventionell breite oder aber eine eingengte Homologenverteilung aufweisen. Typische Beispiele sind Additionsprodukte von durchschnittlich 1 bis 10 und vorzugsweise 5 bis 9 Mol Ethylenoxid an Capronalkohol, Caprylalkohol, 2-Ethylhexylalkohol, Caprinalalkohol, Laurylalkohol, Isotridecylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoleylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Linolylalkohol, Linolenylalkohol, Elaeostearylalkohol, Arachylalkohol, Gadolelalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol und Brassidylalkohol sowie deren technische Mischungen. Vorzugsweise setzt man Alkoholethoxylate der Formel (II) ein, in der R^1 für einen Alkylrest mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, X für Wasserstoff oder Natrium und n für Zahlen von 1 bis 5 steht, d. h. anstelle der echten Ethoxylate können auch direkt deren basische Alkoholsalze verwendet werden. Des weiteren können auch Alkylphenoethoxylate der Formel (II) eingesetzt werden, in der R^1 vorzugsweise für einen Alkylrest mit 6 bis 9 Kohlenstoffatomen, X für Wasserstoff oder Natrium und n für Zahlen von 5 bis 7 steht.

Carboxymethylierungsmittel

Als Carboxymethylierungsmittel können neben der Chlor- bzw. Bromessigsäure auch deren Alkalisalze, vorzugsweise Natrium- oder Kaliumchloracetat, eingesetzt werden. Das molare Einsatzerhältnis zwischen Ethoxylat und Carboxymethylierungsmittel kann dabei 1 : 0,95 bis 1 : 1,2 betragen und liegt vorzugsweise bei 1 : 1 bis 1 : 1,05.

Reduktionsmittel

Als Reduktionsmittel kommen Hydridverbindungen, wie Lithiumaluminiumhydrid (Lithiumalanat), vorzugsweise aber Natriumborhydrid (Natriumboratan) oder Phosphorverbindungen in der Oxidationsstufe (+1), wie beispielsweise Phosphinsäure oder deren Alkalisalze in Frage. Die Reduktionsmittel sind schon in kleinsten Mengen wirksam, d. h. die Einsatzmenge kann – bezogen auf die Einsatzstoffe – 0,1 bis 0,00001, vorzugsweise 0,01 bis 0,0001 und bevorzugt 0,001 bis 0,005 Gew.-% betragen.

Carboxymethylierung

Die Carboxymethylierung kann in an sich bekannter Weise durchgeführt werden, wobei sich insbesondere bei Einsatz von Hydriden als Reduktionsmittel der Ausschluß von Luftsauerstoff, beispielsweise durch eine Stickstoffabdeckung empfiehlt. Die Reaktion wird in Gegenwart von Basen durchgeführt, wobei im ersten Schritt aus dem Ethoxylat das Alkoholat gebildet wird, welches alleine zur Reaktion mit der Halogen-carbonsäure bzw. deren Salz befähigt ist. Die Basenmenge ist dabei so zu wählen, daß sie zur Alkoholatbildung ausreicht. Es ist natürlich auch möglich, anstelle der Ethoxylate direkt deren Alkoholate einzusetzen, auch wenn für die erste Alternative spricht, daß sie vom technischen Aufwand her betrachtet, deutlich einfacher ist. Als Basen kommen insbesondere Natrium- und Kaliumhydrid oder deren Mischungen in Betracht. Die Reaktionstemperatur liegt in der Regel bei 40 bis 50°C, wobei es sich empfiehlt, die Exothermie bei der Bildung des Alkoholats auszunützen. Temperaturen oberhalb von 50°C führen zwar zu einer Beschleunigung der Reaktion, sind jedoch weniger wünschenswert, da oberhalb einer kritischen Temperatur von 53°C Verfärbungen der Produkte beobachtet werden.

Beispiele

Beispiel 1

In einem 2-l-Dreihalskolben mit Rührer, Kühler, Gaseinleitungsrohr und Innenthermometer wurden bei 20°C in einer Stickstoffatmosphäre 798 g (1,64 mol) Isotridecylalkohol + 7EO und 0,0133 g (0,35 mmol) Natriumborhydrid als Reduktionsmittel vorgelegt. Unter intensivem Rühren wurden 22,9 g (0,57 mol) pulverförmiges Natriumhydroxid zugegeben, wobei die Temperatur innerhalb von 15 min auf 30°C anstieg. Anschließend wurden portionsweise innerhalb von 15 min 66,7 g (0,57 mol) Natriumchloracetat zugegeben. Der Ansatz wurde 5 h bei 50°C gerührt, wobei 848 g einer weißen Suspension erhalten wurde. Der Chloridgehalt betrug nach potentiometrischer Titration 2,01 Gew.-%, entsprechend einem Umsetzungsgrad von 88% der Theorie. Die Lovibond-Farbmessung in der 5 1/4-Zoll-Küvette ergab: 0,2 blau/0,1 rot/1,0 gelb.

Beispiel 2

Beispiel 1 wurde unter Einsatz von 1,1 g (8,3 mmol) Phosphinsäure als Reduktionsmittel wiederholt. Es wurde eine weiße Suspension mit einem Chloridgehalt von 2,19 Gew.-%, entsprechend einem Umsatz von 96% der Theorie erhalten. Die Lovibond-Farbmessung in der 5 1/4-Zoll-Küvette ergab: 0,9 rot/6,0 gelb (blau nicht bestimmt).

Vergleichsbeispiel V1

Beispiel 1 wurde wiederholt, jedoch kein Reduktionsmittel zugesetzt. Es wurde eine rötlich-gelbe Suspension erhalten. Der Chloridgehalt betrug 2,26 Gew.-% entsprechend einem Umsatz von 98% der Theorie. Die Lovibond-Farbmessung in der 5 1/4-Zoll-Küvette ergab: 5,0 rot/11,0 gelb (blau nicht bestimmt).

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von hellfarbigen Ethercarbonsäuren bzw. deren Salze der Formel (I),



in der R^1 für einen linearen oder verzweigten Alkyl-, Alkenyl- und/oder Alkylphenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, X für Wasserstoff oder ein Alkalimetall und n für Zahlen von 1 bis 10 steht, durch Carboxymethylierung von Alkohol- bzw. Alkylphenoethoxylaten der Formel (II),



in der R^1 , X und n die obigen Bedeutungen haben, mit Halogenessigsäure oder deren Alkalisalzen, dadurch gekennzeichnet, daß man die Reaktion in Gegenwart von Reduktionsmitteln durchführt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Alkoholethoxylate der Formel (II) einsetzt, in der R^1 für einen Alkylrest mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, X für Wasserstoff oder Natrium und n für Zahlen von 1 bis 5 steht.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Alkylphenoethoxylate der Formel (II) einsetzt, in der R^1 für einen Alkylrest mit 6 bis 9 Kohlenstoffatomen, X für Wasserstoff oder Natrium und n für Zahlen von 5 bis 7 steht.

4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man als Carboxymethylierungsmittel Natriumchloracetat einsetzt.

5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man als Reduktionsmittel Natriumborboranat und/oder Phosphinsäure einsetzt.

6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man die Reduktionsmittel bezogen auf die Einsatzstoffe – in Mengen von 0,1 bis 0,00001 Gew.-% einsetzt.

- Leerseite -

This Page Blank (uspto)

Method for Preparing Light-coloured Ether Carboxylic Acids

Field of the Invention

This invention relates to a process for the production of ethercarboxylic acids by carboxymethylation of alcohol ethoxylates with halogen compounds in the presence of reducing agents.

5

Prior Art

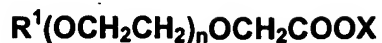
Ethercarboxylic acids and salts thereof, which are always encompassed by this term, are mild high-foaming anionic surfactants which are used, for example, in the cosmetics field and in the textiles field. A relevant overview is presented, for example, by G. Czichocki et al. in **Fat Sci. Technol.** 94, 66 (1992). They are normally produced from alcohol ethoxylates of which the terminal ethylene oxide units are either subjected to catalytic oxidation or are carboxymethylated with halocarboxylic acids or salts thereof ([cf. **Tens. Surf. Det.** 29, 169 (1992)]). Hitherto, however, the moderate catalytic process has not been successfully adopted on account of the high outlay on equipment it entails. The process involving the halogen compounds is attended by the problem that it gives products which lack color quality and, because of this, have to be subsequently lightened. Accordingly, the problem addressed by the present invention was to provide an improved process for the carboxymethylation of alcohol ethoxylates with halocarboxylic acids which would give ethercarboxylic acids or salts thereof with improved color quality.

25

Description of the Invention

The present invention relates to a process for the production of light-colored ethercarboxylic acids or salts thereof corresponding to formula (I):

This Page Blank (uspto)



(I)

in which R^1 is a linear or branched alkyl, alkenyl and/or alkylphenyl group containing 6 to 22 carbon atoms, X is hydrogen or an alkali metal and n is a number of 1 to 10,
by carboxymethylation of alcohol or alkyl phenoethoxylates corresponding to formula (II):



(II)

10

in which R^1 , X and n are as defined above,
with haloacetic acid or alkali metal salts thereof, characterized in that the reaction is carried out in the presence of reducing agents.

It has surprisingly been found that ethercarboxylic acids or ethercarboxylic acid salts distinguished by distinctly better color quality are obtained using only very small quantities of reducing agents such as, for example, sodium boranate or phosphinic acid.

Alcohol or alkyl phenol ethoxylates

Alcohol ethoxylates, which represent suitable starting materials, are products of the addition of ethylene oxide onto primary alcohols, preferably fatty alcohols, oxoalcohols or mixtures thereof which may be obtained by the relevant methods of preparative organic chemistry and are industrially available. The ethoxylates may be produced via acidic catalysis, but are preferably produced via basic catalysis and, accordingly, have a conventional broad homolog distribution or a narrow homolog distribution. Typical examples are products of the addition of, on average, 1 to 10 and preferably 5 to 9 moles of ethylene oxide with caproic alcohol, caprylic alcohol, 2-ethylhexyl alcohol, capric alcohol, lauryl alcohol, isotridecyl alcohol, myristyl alcohol, cetyl alcohol, palmitoleyl alcohol, stearyl alcohol,

30

This Page Blank (uspto)

isostearyl alcohol, oleyl alcohol, elaidyl alcohol, petroselinyl alcohol, linolyl alcohol, linolenyl alcohol, elaeostearyl alcohol, arachyl alcohol, gadoleyl alcohol, behenyl alcohol, erucyl alcohol and brassidyl alcohol and technical mixtures thereof. Alcohol ethoxylates corresponding to formula (II), in which R¹ is an alkyl group containing 12 to 18 carbon atoms, X is hydrogen or sodium and n is a number of 1 to 5, are preferably used, i.e. instead of the true ethoxylates, their basic alcoholate salts may also be directly used. Alkyl phenol ethoxylates corresponding to formula (II), in which R¹ is preferably an alkylphenyl group containing 6 to 9 carbon atoms in the alkyl group, X is hydrogen or sodium and n is a number of 5 to 7, may also be used. A typical example is the product of the addition of on average 5 to 7 moles ethylene oxide onto nonylphenol.

Carboxymethylating agents

Besides chloro- or bromoacetic acid, their alkali metal salts, preferably sodium or potassium chloroacetate, may be used as carboxymethylating agents. The molar ratio of ethoxylate to carboxymethylating agent may be 1:0.2 to 1:1.2 and is preferably 1:0.25 to 1:0.6. If less than stoichiometric quantities of carboxymethylating agents are used, small quantities of unreacted ethoxylate remain in the reaction product obtained but are not problematical.

Reducing agents

Hydride compounds, such as lithium aluminium hydride (lithium alanate), but preferably sodium borohydride (sodium boranate), or phosphorus compounds with the oxidation number (+1), for example phosphinic acid or alkali metal salts thereof, may be used as reducing agents. The reducing agents are effective even in very small quantities, i.e. they may be used in quantities of 0.1 to 0.00001, preferably 0.01 to 0.0001 and more preferably 0.001 to 0.005% by weight, based on the starting

This Page Blank (uspto,

materials.

Carboxymethylation

The carboxymethylation may be carried out in known manner.

5 Where hydrides in particular are used as reducing agents, it is advisable to carry out the reaction in the absence of atmospheric oxygen, for example through a nitrogen blanket. The reaction is carried out in the presence of bases so that the alcoholate - which is capable on its own of reacting with the halocarboxylic acid or its salts - is formed from the ethoxylate. The

10 quantity of base used should be selected so that it is sufficient to form the alcoholate. Instead of the ethoxylates, it is of course also possible directly to use their alcoholates even if the first alternative does have the advantage that is that it is much simpler from the equipment point of view. Suitable bases are in particular sodium and potassium hydroxide or

15 mixtures thereof. If substantially complete carboxymethylation is required, it is of advantage to introduce the ethoxylates and the carboxymethylating agent first and to add the bases in portions. If complete carboxymethylation is not required, the ethoxylates are preferably introduced first with the bases and the carboxymethylating agent is added

20 in portions. The reaction temperature is generally in the range from 40 to 50°C. It is advisable to use the exothermy of the reaction in the formation of the alcoholate. Although temperatures above 50°C do lead to an acceleration of the reaction, they are not desirable because product discoloration is observed above a critical temperature of 53°C.

25

Examples

Example 1. 798 g (1.64 moles) of isotridecyl alcohol + 7EO and 0.0133 g (0.35 mmole) of sodium borohydride as reducing agent were introduced

30 under nitrogen at 20°C into a 2-liter three-necked flask equipped with a stirrer, gas inlet pipe and internal thermometer. 22.9 g (0.57 mole) of

This Page Blank (uspto)

powder-form sodium hydroxide were added with intensive stirring, the temperature rising to 30°C in 15 mins. 66.7 g (0.57 mole) of sodium chloroacetate were then added in portions over a period of 15 mins. The mixture was stirred for 5 h at 50°C, 848 g of a white suspension being
5 obtained. According to potentiometric titration, the chloride content was 2.01% by weight, corresponding to a conversion of 88% of the theoretical. Lovibond color measurement in a 5 1/4 inch cell produced the following result: 0.2 blue/0.1 red/1.0 yellow.

10 **Example 2.** Example 1 was repeated using 1.1 g (8.3 mmoles) of phosphinic acid as reducing agent. A white suspension with a chloride content of 2.19% by weight, corresponding to a conversion of 96% of the theoretical, was obtained. Lovibond color measurement in a 5 1/4 inch cell produced the following result: 0.9 red/6.0 yellow (blue not determined).

15

Comparison Example C1. Example 1 was repeated except that no reducing agent was added. A reddish-yellow suspension was obtained. The chloride content was 2.26% by weight, corresponding to a conversion of 98% of the theoretical. Lovibond color measurement in a 5 1/4 inch cell
20 produced the following result: 5.0 red/11.0 yellow (blue not determined).

This Page Blank (uspto)

CLAIMS

1. A process for the production of light-colored ethercarboxylic acids or salts thereof corresponding to formula (I):



in which R^1 is a linear or branched alkyl, alkenyl and/or alkylphenyl group containing 6 to 22 carbon atoms, X is hydrogen or an alkali metal and n is a number of 1 to 10,

10 by carboxymethylation of alcohol or alkyl phenoethoxylates corresponding to formula (II):



15 in which R^1 , X and n are as defined above,
with haloacetic acid or alkali metal salts thereof, characterized in that the reaction is carried out in the presence of reducing agents.

2. A process as claimed in claim 1, characterized in that alkylphenol ethoxylates corresponding to formula (II), in which R^1 is an alkyl group
20 containing 12 to 18 carbon atoms, X is hydrogen or sodium and n is a number of 1 to 5, are used.

3. A process as claimed in claim 1, characterized in that alkylphenol ethoxylates corresponding to formula (II), in which R^1 is an alkyl group containing 6 to 9 carbon atoms, X is hydrogen or sodium and n is a number
25 of 5 to 7, are used.

4. A process as claimed in claims 1 to 3, characterized in that sodium chloroacetate is used as the carboxymethylating agent.

5. A process as claimed in claims 1 to 4, characterized in that sodium boranate and/or phosphinic acid is/are used as reducing agent(s).

30 6. A process as claimed in claims 1 to 5, characterized in that the

This Page Blank (uspto)

reducing agents are used in quantities of 0.1 to 0.00001% by weight, based on the starting materials.

This Page Blank (uspto)